

Polycaprolactam with novel chain regulation

Patent number: DE19537614
Publication date: 1997-04-10
Inventor: LIEDLOFF HANNS-JOERG DR RER NA (CH); MORF ERNST DR PHIL (CH); SCHMIDT GERHARD DR ING (CH)
Applicant: INVENTA AG (CH)
Classification:
- **international:** C08G69/14; C08G69/36
- **european:** C08G69/16; C08G69/18; C08G69/36
Application number: DE19951037614 19951009
Priority number(s): DE19951037614 19951009

Also published as:

WO9713800 (A1)
EP0800548 (A1)
US5807972 (A1)
EP0800548 (B1)
TR9700390T (T1)

[Report a data error here](#)**Abstract of DE19537614**

The invention concerns hydrolytically polymerized polycaprolactam produced using a novel method of chain control, the polymerization of the caprolactam (I) being carried out with 0.1-0.7 % by wt. of an aromatic dicarboxylic acid (II), 0-0.7 % by wt. of an aliphatic or cycloaliphatic diamine (III) which includes a primary or tertiary amino group, and/or 0.01-0.7 % by wt. of 4-amino-2,2,6,6-tetraalkylpiperidine (IV), the amounts of components I to IV adding up to 100 % by wt. and the sum of components III and IV amounting to 0.05-0.7 % by wt.

Data supplied from the **esp@cenet** database - Worldwide

⑯ BUNDESREPUBLIK

DEUTSCHLAND



DEUTSCHES
PATENTAMT

⑯ Patentschrift
⑯ DE 195 37 614 C2

⑯ Int. Cl. 6:

C08G 69/14

C08G 69/36

DE 195 37 614 C2

⑯ Aktenzeichen: 195 37 614.5-44
⑯ Anmeldestag: 9. 10. 95
⑯ Offenlegungstag: 10. 4. 97
⑯ Veröffentlichungstag der Patenterteilung: 27. 11. 97

Innerhalb von 3 Monaten nach Veröffentlichung der Erteilung kann Einspruch erhoben werden

⑯ Patentinhaber:
EMS-Inventa AG, Zürich, CH

⑯ Vertreter:
Müller-Boré & Partner, 81671 München

⑯ Erfinder:
Liedloff, Hanns-Jörg, Dr.rer.nat., Domat, CH; Mörf, Ernst, Dr.Phil., Domat, CH; Schmidt, Gerhard, Dr.-Ing., Domat, CH

⑯ Für die Beurteilung der Patentfähigkeit in Betracht gezogene Druckschriften:

DE 44 13 177 A1
DE 40 19 780 A1
DE 39 32 912 A1
DE-OS 20 40 975
EP 06 44 959 B1

Zeitschr.-Art. Journal of Appl. Polymer Science,
Vol.61 (1996) 1405-1412;

⑯ Polycaprolactam mit neuartiger Kettenregelung

⑯ Kettengeregeltes, hydrolytisch polymerisiertes Polyamid 6, dadurch gekennzeichnet, daß die Polymerisation von Caprolactam (I) zusammen mit
— 0,1—0,7 Gew.-% einer aromatischen Dicarbonsäure (II),
— bis zu 0,7 Gew.-% eines aliphatischen oder cycloaliphatischen Diamins (III), welches eine primäre und eine tertiäre Aminogruppe trägt,
und
— bis zu 0,7 Gew.-% 4-Amino-2,2,6,6-tetraalkyl-piperidin (IV)
erfolgt, wobei sich die Mengen der Komponenten I bis IV zu 100 Gew.-% ergänzen und die Summe der Komponenten III und IV 0,05—0,7 Gew.-% beträgt.

DE 195 37 614 C2

Beschreibung

Die Erfindung betrifft den in den Patentansprüchen angegebenen Gegenstand.

Die Erfindung betrifft insbesondere Polycaprolactam (PA-6) mit neuartiger Kettenregelung.

5 Nieder- bis mittelviskoses Polycaprolactam (PA-6) für die Herstellung von Spritzgußmassen oder Fasern wird gewöhnlich durch Polymerisation von Caprolactam unter Mitverwendung von Kettenreglern wie Essigsäure oder anderen Monocarbonsäuren hergestellt. Auf diese Weise wird das Molekulargewicht des PA-6 auf den gewünschten Wert eingestellt und gleichzeitig die Viskositätsstabilität der PA-6-Schmelze bei der Verarbeitung gewährleistet. Unter nieder- bis mittelviskosem PA-6 sind hier extrahierte, d. h. weitgehend von Caprolactam befreite Produkte mit einer relativen Lösungsviskosität von 1,65 bis 1,95 zu verstehen, gemessen in 10 0,5 Gew.-%iger Lösung in m-Kresol bei 20°C.

10 Die Herstellung von Fasern erfordert neben einer hohen Verarbeitungsstabilität eine definierte und konstante Aminoendgruppen-Konzentration, um eine gute Anfärbarkeit sicherzustellen. Zur Erzielung guter Ergebnisse bei der Anfärbung mit z. B. sauren, in PA-6 löslichen Farbstoffen sollte die Aminoendgruppen-Konzentration in 15 der Faser idealerweise 40—50 mol/kg betragen.

15 Bei den Spritzguß-Modifikationen von nieder- bis mittelviskosem PA-6 liegen die Verhältnisse insofern anders, als es dort eine Reihe von Produkten gibt, die erst bei signifikant tieferen Aminoendgruppen-Konzentrationen von 25—30 mol/kg des eingesetzten PA-6 in guter Qualität hergestellt werden können:

Zu diesen PA-6-Spritzgußmaterialien gehören unter anderem die folgenden Produkte bzw. Produktgruppen:

20 1. Schlagzähe PA6/(Co)Polyolefin-Mischungen mit zweiphasiger Morphologie, deren (Co)Polyolefin-Komponente mit ungesättigten Carbonsäuren bzw. Carbonsäurederivaten gepropft oder auf andere Weise chemisch modifiziert ist. Typische Modifizierungsmittel sind z. B. (Meth)acrylsäure und deren Ester oder Maleinsäureanhydrid. Als (Co)Polyolefine werden z. B. Ethylen/Propylen/(Dien)-Copolymere (EP(D)M), Linear Low Density-Polyethylen (LLDPE) oder andere Polyethylen-Sorten verwendet.

25 Es wird zwar empfohlen — z. B. in der US-PS 4945129 — für derartige Blends PA-6 mit vergleichsweise hoher NH₂-Gruppen-Konzentration einzusetzen, der mögliche Gewinn an Schlag- bzw. Kerb-Schlagzähigkeit geht dann aber auf Kosten der Spritzgußverarbeitbarkeit. Insbesondere muß eine Verlängerung der Zykluszeiten und damit der Produktivität bei der Verarbeitung solcher Materialien in Kauf genommen werden. Darüberhinaus treten bei pigmentierten Materialien Probleme auf, die sich in der Ungleichmäßigkeit der Pigmentverteilung an den Fertigteiloberflächen äußern.

30 Eine akzeptable Balance der oben genannten Eigenschaften wird erst durch die Verwendung von PA-6 mit vergleichsweise niedriger NH₂-Gruppen-Konzentration (25—30 mol/kg) erreicht.

35 2. Flammhemmendes PA-6, das mit speziellen organischen Stickstoffverbindungen modifiziert ist. Zu diesen Verbindungen, die der PA-6-Schmelze in Extrudern beigemischt werden, gehören z. B. Melamin, Melamin-cyanurat, Melaminphosphat und vergleichbare Materialien.

40 Das Brennverhalten derartiger Mischungen wird gewöhnlich im Brenntest nach Underwriters Laboratories getestet und gemäß der betreffenden UL-94-Norm eingestuft. Um die bestmögliche Klassierung (VO) zu erreichen, müssen PA-6-Qualität und die Qualität der flammhemmenden Stickstoffverbindung sehr gut aufeinander abgestimmt sein. Ein wichtiges Qualitätsmerkmal des PA-6 ist dabei der oben genannte Bereich der NH₂-Gruppen-Konzentration.

Aus den vorstehenden Ausführungen geht hervor, daß die Anforderungen an nieder- bis mittelviskoses PA-6 für Faser- und Spritzgußzwecke in bezug auf die Aminoendgruppen-Konzentration nicht ohne weiteres mit einem demselben Produkt erfüllt werden können. In der Patentliteratur und anderen einschlägigen Quellen finden sich keine Hinweise darauf, wie der Widerspruch in den Anforderungen an Faser- und Spritzguß-PA6 mit einem einheitlichen Produkt gelöst werden kann.

45 DE 40 19 780 beschreibt ein Verfahren zur kontinuierlichen Herstellung von Polycaprolacton mit geregeltem Aminoendgruppengehalt unter Mitverwendung von Dicarbonsäuren als Kettenregler, wobei die Summe der 50 Werte an Amino- und Carboxylengruppen 115 bis 150 mol/kg beträgt. Die so erhaltenen Produkte werden ausschließlich für Spinnprozesse verwendet.

55 Die 4-Amino-2,2,6,6-tetraalkylpiperidine, die am N-Atom des Piperidinringes weiter substituiert sein können, sind Gegenstand der DE-OS 44 13 177. Sie übernehmen in den dort spezifizierten "inhärent hitzestabilisierten Polyamiden" die Doppelfunktion von Hitzestabilisatoren und Kettenreglern. Das Stabilisierungsverfahren soll gemäß dieser Druckschrift auf beliebige aliphatische und teilaromatische Polyamide bzw. Copolyamide anwendbar sein, exemplifiziert wird es allerdings nur an stabilisierten Polyamid-6-Typen für Spinnzwecke.

60 DE 39 32 912 beschreibt synthetische, oligomere Polyamide, welche sterisch gehinderte Aminogruppen enthalten. Durch Einmischen dieser oligomeren Polyamide wird die Anfärbarkeit synthetischer Polyamide verbessert.

65 EP 0 644 959 beschreibt schnellgesponnene Fäden auf der Basis von Polycaprolacton und ein Verfahren zu deren Herstellung, wobei das verwendete Polycaprolacton in Gegenwart von einer Dicarbonsäure als Kettenregler hergestellt wird.

Die Aufgabe der vorliegenden Erfindung ist also die Bereitstellung von nieder- bis mittelviskosem PA-6 für Faser- und Spritzgußzwecke, welches den Anforderungen beider Anwendungen gleichermaßen genügt.

65 Die dieser Erfindung zugrundeliegende Aufgabe wird gelöst durch die Bereitstellung von PA-6 mit neuartiger Kettenregelung, dessen Herstellung durch hydrolytische, d. h. durch Wasser ausgelöste Polymerisation von Caprolactam (I) zusammen mit

- 0,1–0,7 Gew.-% einer aromatischen Dicarbonsäure (II)
- bis zu 0,7 Gew.-% eines aliphatischen oder cycloaliphatischen Diamins (III), welches eine primäre und eine tertiäre Aminogruppe trägt und
- bis zu 0,7 Gew.-% 4-Amino-2,2,6,6-tetraalkyl-piperidin (IV)

5

erfolgt, wobei sich die Mengen der Komponenten I bis IV zu 100 Gew.-% ergänzen und die Summe der Komponenten III und IV 0,05–0,7 Gew.-% beträgt.

Als aromatische Dicarbonsäuren (II) werden bevorzugt Terephthalsäure und/oder Isophthalsäure verwendet, in einer Menge von vorzugsweise 0,2–0,6 Gew.-%.

Die Diaminkomponente III wird bevorzugt aus der Gruppe bestehend aus 3-(Dialkylamino)-1-propylaminen, 10 2-(Dialkylamino)-1-ethylaminen, Piperidino- und Pyrrolidinoalkylaminen, ausgewählt und in einer Menge von vorzugsweise bis zu 0,6 Gew.-% verwendet.

Beispiele für III sind 3-(Dimethylamino)-1-propylamin und 2-Piperidino-ethylamin.

Als Diaminkomponente IV wird bevorzugt 4-Amino-2,2,6,6-tetramethylpiperidin in einer Menge von vorzugsweise bis zu 0,6 Gew.-% verwendet. Die Summe der Diaminkomponenten III und IV beträgt vorzugsweise 15 0,05–0,6 Gew.-%.

Die Herstellung des erfundungsgemäßen PA-6 erfolgt nach kontinuierlichen oder chargenweisen Verfahren, wie sie seit langem bekannt sind. Auf die bekannten und in der industriellen Praxis erprobten Zusammenhänge zwischen Kettenreglermenge, Wassergehalt der Reaktionsmischung und Temperaturführung und Reaktionsdauer einerseits und Caprolactamumsatz sowie dem erzeugten Molekulargewicht von PA-6 andererseits muß hier nicht näher eingegangen werden. Speziell beim kontinuierlichen Verfahren zur Herstellung von PA-6 in senkrechtstehenden Rohrreaktoren liegen genügend Erfahrungen vor, die es den Betreibern derartiger Anlagen erlauben, ihre PA-6-Produktion ohne nennenswerte Probleme auf das erfundungsgemäße PA-6 mit seiner neuartigen Kettenregelung umzustellen. 20

Die chargenweise Herstellung des erfundungsgemäßen PA-6 ist ebenfalls problemlos durchführbar. 25

Daß ein so geartetes PA-6 erhebliche Vorteile für die Produktion mit sich bringt, liegt auf der Hand: Die Häufigkeit von Produktumstellungen kann so reduziert werden. Produktumstellungen in den heute üblichen PA-6-Polymerisationsanlagen, die praktisch ausschließlich nach kontinuierlichen Verfahren und mit Durchsätzen von ca. 50–200 Tagenstunden betrieben werden, will der PA-6-Hersteller nach Möglichkeit auf ein Minimum begrenzen. Jede Umstellung ist mit der Produktion mit sogenanntem Übergangsmaterial verbunden, das mengenmäßig mehrere Tagesproduktionen ausmachen kann und dessen Einordnung in bestehende Produktspezifikationen schwierig ist. 30

Das erfundungsgemäße PA-6 mit neuartiger Kettenregelung zeigt die erwünschten Eigenschaften, wie sie eingangs für die Faserherstellung und bestimmte Spritzgußanwendungen definiert wurden. In den Beispielen sind diese Eigenschaften näher erläutert. 35

Die Polymerisation des erfundungsgemäßen PA-6 erfolgte chargenweise in einem 130 l-Autoklaven. Zu diesem Zweck wurden jeweils 45 kg flüssiges Caprolactam bei 90°C zusammen mit 7 l Wasser und den in der Tabelle 1 angegebenen Mengen an Terephthalsäure und Diaminen in einem rührbaren mit Stickstoff inertisierten Vorlagegefäß vermischt und die homogene Mischung anschließend in den genannten Autoklaven überführt und dort unter inerten Bedingungen (N_2) polymerisiert. Bei der Polymerisation wurden einheitlich etwa die folgenden 40 Bedingungen eingehalten:

Stufe 1 (Druckphase):

Masse temperatur: 290°C
Druck: 20 10^5 Pa
Dauer: 2 Stunden

45

Stufe 2 (Entspannung):

Masse temperatur: von 290 auf 260°C
Druck: von 20 10^5 Pa auf 1 10^5 Pa
Dauer: 1,5 Stunden

50

Stufe 3 (Entgasung):

Masse temperatur: 260°C
Druck: 1 10^5 Pa
Schleppgas: Stickstoff
Dauer: 4–6 Stunden.

55

60

Bei Erreichen der gewünschten Viskosität wurden die einzelnen Chargen als Polymerstränge abgepreßt, nach Durchlaufen eines Wasserbads granuliert, mit Wasser extrahiert und getrocknet.

Als Maß für die Viskosität der PA-6-Schmelze wurde die Drehmomentanzeige des Rührwerks des Autoklaven zugrundegelegt. 65

Je 40 kg jeder Charge wurden in 16 h bei 80°C mit 2400 l Frischwasser pro Stunde extrahiert. Die Trocknung erfolgte bei 110°C über 24 h im Vakuum.

Die relative Lösungsviskosität von extrahiertem und getrocknetem PA-6 wurde in 0,5 Gew.-%iger Lösung in

m-Kresol bei 20°C bestimmt.

Die Bestimmung der Endgruppen-Konzentrationen erfolgte mittels acidimetrischer Titration. Die Aminoendgruppen werden in m-Kresol/Iso-Propanol 2 : 1 (Gew.-Teile) als Lösungsmittel mit 0,1-normaler ethanolischer Perchlorsäure titriert. Die Titration der Carboxylen-Gruppen erfolgte in Benzylalkohol als Lösungsmittel mit 0,1-normaler benzylalkoholischem Kaliumhydroxid.

Als Vergleichsmaterialien wurden die folgenden mit Essigsäure geregelten extrahierten PA-6-Typen eingesetzt:

Fasertype (Nr. 5):

mit einer relativen Lösungsviskosität von 1,78 und einer Carboxyl- bzw. Aminoendgruppen-Konzentration von 56 bzw. 46 mol/kg;

Spritzgußtype (Nr. 6):

mit einer relativen Viskosität von 1,77 und einer Carboxyl- bzw. Aminoendgruppen-Konzentration von 57 bzw. 29 mol/kg.

Die in den Beispielen verwendeten Abkürzungen haben folgende Bedeutung:

LC6: Caprolactam

TPS: Terephthalsäure

DMAPA: 3-(Dimethylamino)-1-propylamin

TMPA: 4-Amino-2,2,6,6-tetramethyl-piperidin

PEA: 2-Piperidino-ethylamin

RV: Relative Lösungsviskosität (0,5-Gew.-%ig/m-Kresol)

COOH: Carboxylen-Gruppen-Konzentration

[Amin]: Aminoendgruppen-Konzentration

KSZ: Kerbschlagzähigkeit (im trockenen Zustand)

TK: Kühlzeit

Tz: Zykluszeit.

Die genannten Diamine wurden von der Firma FLUKA (Buchs/Schweiz) bezogen.

BEISPIELE

1. Polymere

Diesbezüglich wird auf die nachfolgende Tabelle 1, Beispiele 1a, 1b, 2a, 2b, 3 und 4 verwiesen.

40

45

50

55

60

65

Tabelle 1: Charakterisierung des erfundungsgemäßen PA-6 (extrahiert und getrocknet)

Beispiel	LC-6 [kg]	Rohstoffe						RV	COOH [mol/kg]	Amin ¹¹ [mol/kg]
		TPS [kg]	Gew.-% [kg]	DMAPA Gew.-% [kg]	TMPA Gew.-% [kg]	PEA Gew.-% [kg]	PEA Gew.-% [kg]			
1a	45	99,436	0,20	0,442	0,055	0,122			1,765	78
1b	45	99,436	0,20	0,442	0,055	0,122			1,753	79
2a	45	99,373	0,20	0,442			0,084	0,185	1,793	74
2b	45	99,373	0,20	0,442			0,084	0,185	1,774	76
3	45	99,405	0,20	0,442				0,069	0,153	1,755
4	45	99,403	0,20	0,442	0,028	0,062	0,042	0,093	1,763	79
										44

1) Die gemessenen Aminoendgruppen-Konzentrationen setzen sich offensichtlich zusammen aus der Konzentration von primären Aminogruppen (-NH_2) in allen Fällen, tertiären Aminogruppen ($(\text{CH}_3\text{C})_2\text{N}$ - bei Beispiel 1a) und 1b) bzw. Piperidino-Endgruppen bei Beispiel 3 und sekundären Aminogruppen (2,2,6,6-Tetramethyl-4-piperidyl-Reste im Fall der Beispiele 2a und 2b). Im Fall von Beispiel 4 treten alle genannten Arten von Aminoendgruppen auf.

5 10 15 20 25 30 35 40 45 50 55 60 65

2. Herstellung und Prüfung modifizierter Spritzgußmassen

2.1 Flammhemmende Produkte

5 90 Gew.-Teile PA-6 werden mit 10 Gew.-Teilen feinteiligem Melamincyanurat in einem Zweiwellenextruder ZSK-30 (L/D=42) der Firma Werner & Pfleiderer (Stuttgart/Deutschland) bei Extrudertemperaturen von 240–250°C und einem Durchsatz von insgesamt 9 kg/h in der Schmelze (PA-6) vermischt.
 Das PA-6-Granulat wird vor dem Compoundierschritt mit dem Melamincyanurat trocken vorgemischt.
 Die fertige Mischung wird nach Abkühlen der Stränge in einem Wasserbad granuliert und dann bei 110°C über 24 Stunden im Vakuum getrocknet.
 10 Die getrockneten Granulate werden zu 127 × 12,7 × 0,8 (mm)-Prüfstäben spritzgegossen und dem Brenntest nach UL-94 unterworfen.
 Die Ergebnisse dieses Tests finden sich in Tabelle 2:

15 Tabelle 2: UL-94-Test von PA6/Melamincyanurat-90/10-Mischungen

Beispiel	Verwendetes PA-6	Ergebnis
20 5	aus Beispiel 3	V0
25 6 (Vergleichsbeispiel)	Fasertyp (Nr. 5)	V2
30 7 (Vergleichsbeispiel)	Spritzgußtyp (Nr. 6)	V0

35 Die Ergebnisse weisen das erfindungsgemäße PA-6 gemäß Beispiel 3 als sehr gut geeignet für diese Art der Modifikation aus.

2.2 Schlagzähmodifizierte Produkte

40 80 Gew.-Teile PA-6 werden zusammen mit 20 Gew.-Teilen eines mit 0,5 Gew.-% Maleinsäureanhydrid gepfropften Ethylen/Propylen-Copolymeren (Molverhältnis Ethylen/Propylen: 80/20; Mooney-Viskosität: 21 (ML1+4 bei 125°C)), und 1 Gew.-Teil Glyzerinmonostearat der Firma AG Vogel (Zürich/Schweiz) sowie 0,63 Gew.-Teilen Weißpigment Sachtolith HDS der Fa. Sachtleben (Duisburg/Deutschland) und 0,05 Gew.-Teilen Farbruß FW2 der Fa. Degussa (Baar/Schweiz) in einem Zweiwellenextruder (WPF ZSK-30; L/D = 42) vermischt. Die Extrudertemperatur beträgt 250–260°C und der Durchsatz 10 kg/Stunde.
 45 Die Mischungen wurden auf die gleiche Weise granuliert und getrocknet wie vorstehend für die flammhemmenden Produkte beschrieben.
 Die Granulate wurden dann zu Prüfkörpern spritzgegossen: Für die Messung der Kerbschlagzähigkeit nach Charpy, im trockenen Zustand wurden Prüfkörper gemäß ISO-179 hergestellt (80 × 10 × 4 mm-Stäbe; Masse-temperatur: 265°C; Formtemperatur: 80°C).
 50 Zur Prüfung der Verarbeitbarkeit wurden diese Mischungen zu einem komplizierten Spritzgußteil mit langen Entformungswegen und Kern verarbeitet (Teil in Form des Firmensignets mit Stangenanguß und einem Schußgewicht von ca. 105 g). Die Masse-temperatur lag in allen Fällen bei 265°C, die Formtemperatur betrug konstant 80°C. Bei diesen Verarbeitungstests wurde die Kühlzeit (Nachdruckzeit mit eingeschlossen) ermittelt, die mindestens nötig ist, um noch eine einwandfreie Entformung (kein Verzug, keine tiefen Auswerfermarkierungen auf den Teilen) zu gewährleisten. Zusätzlich wurde das Aussehen der dunkelgrauen Spritzgußteile beurteilt.
 55 Die Ergebnisse finden sich in der nachstehenden Tabelle 3 und bestätigen die vorteilhaften Eigenschaften des erfindungsgemäßen Polyamid 6.

60

65

Tabelle 3: Prüfung der schlagzähmodifizierten Produkte

Beispiel	Verwendetes PA-6	KSZ [kJ/m ²] 23°C -30°C	T _k [sec]	T _z [sec]	Verarbeitungstest Ausssehen der Spritzgußteile
8	aus Beispiel 4	70	15	85	einwandfrei, gleichmäßige Einfärbung
9 (Vergl.-Beisp.)	Fasertyp (Nr. 5)	83	17	95	ungleichmäßige Einfärbung; d.h. hell-/dunkelgraue Schlieren und Flecken
10 (Vergl.-Beisp.)	Spritzgußtyp (Nr. 6)	75	15	83	einwandfrei gleichmäßige Einfärbung

3. Faserherstellung und Prüfung der Anfärbbarkeit

Die einzelnen PA-6 Typen werden auf einer Spinnanlage versponnen:

Durchsatz: 1,5 g pro Minute und Kapillare

Schmelztemperatur: 262 – 264°C

Fadenabkühlung: mittels Querstromblasung

Abzugsgeschwindigkeit: 4200 m pro Minute.

Neben den erfindungsgemäßen Produkten 1a/b (Beispiel 1a und 1b) und 2a/b (Beispiel 2a und 2b) – jeweils als Granulatabmischungen – wurden zum Vergleich der Fasertyp (Nr. 5) und der Spritzgußtyp (Nr. 6) versponnen.

Die Anfärbung mit Irgalanbraun 2RL (Ciba Geigy; Basel/Schweiz) ergab hinsichtlich Farbtiefe und -gleichmä-

Bigkeit gute Ergebnisse für 1a/b, 2a/b und das Vergleichsmaterial Nr. 5 und ein mäßiges Resultat für den Spritzgußtyp Nr. 6.

Patentansprüche

5 1. Kettengeregeltes, hydrolytisch polymerisiertes Polyamid 6, dadurch gekennzeichnet, daß die Polymerisation von Caprolactam (I) zusammen mit
— 0,1—0,7 Gew.-% einer aromatischen Dicarbonsäure (II),
— bis zu 0,7 Gew.-% eines aliphatischen oder cycloaliphatischen Diamins (III), welches eine primäre
10 und eine tertiäre Aminogruppe trägt,
und
— bis zu 0,7 Gew.-% 4-Amino-2,2,6,6-tetraalkyl-piperidin (IV)
erfolgt, wobei sich die Mengen der Komponenten I bis IV zu 100 Gew.-% ergänzen und die Summe der
Komponenten III und IV 0,05—0,7 Gew.-% beträgt.
15 2. Kettengeregeltes Polyamid 6 gemäß Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß die Menge der aromati-
schen Dicarbonsäure (II) 0,2—0,6 Gew.-% beträgt.
3. Kettengeregeltes Polyamid 6 gemäß Ansprüchen 1 und 2, dadurch gekennzeichnet, daß die Menge der
Komponenten III und IV jeweils bis zu 0,6 Gew.-% beträgt.
4. Kettengeregeltes Polyamid 6 gemäß Ansprüchen 1 bis 3, dadurch gekennzeichnet, daß die Gesamtmenge
20 der Komponenten III und IV 0,05—0,6 Gew.-% beträgt.
5. Kettengeregeltes Polyamid 6 gemäß Ansprüchen 1 und 2, dadurch gekennzeichnet, daß als aromatische
Dicarbonsäure (II) Terephthalsäure und/oder Isophthalsäure verwendet wird.
6. Kettengeregeltes Polyamid 6 gemäß Ansprüchen 1, 3 und 4, dadurch gekennzeichnet, daß als Komponen-
te IV 4-Amino-2,2,6,6-tetramethylpiperidin verwendet wird.

25

30

35

40

45

50

55

60

65